

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

45

(11)Publication number : 2001-329347

(43)Date of publication of application : 27.11.2001

---

(51)Int.Cl. C22C 38/00

C22C 5/02

---

(21)Application number : 2000-148414

(71)Applicant : TOKAI UNIV

(22)Date of filing : 19.05.2000

(72)Inventor : NISHI YOSHITAKE

YABE HIROMASA

OGURI KAZUYA

UCHIDA HARUHISA

MATSUMURA YOSHITO

UCHIDA HIROHISA

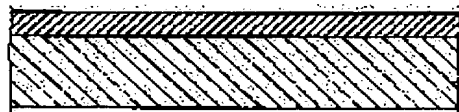
---

(54) SHAPE MEMORY ALLOY ACTUATOR, AND ITS MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To increase magnetostrictive susceptibility and to attain time saving and cost reduction at thin film deposition.

SOLUTION: This shape memory alloy actuator utilizing a shape memory effect has a substrate 21 and a thin film 22 composed of Fe-Pd alloy which is formed on the substrate 21 and has an acicular metallic structure oriented in the directions of (111) face and (220) face. Moreover, respective atomic percentages of Fe and Pd satisfy the relation of Fe:Pd=(60 to 50):(40 to 50).



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-329347

(P2001-329347A)

(43) 公開日 平成13年11月27日 (2001. 11. 27)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 2 2 C 38/00  
5/02

識別記号

3 0 2

F I

C 2 2 C 38/00  
5/02

テームコード\* (参考)

3 0 2 V

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2000-148414 (P2000-148414)

(22) 出願日 平成12年5月19日 (2000. 5. 19)

特許法第30条第1項適用申請有り 平成11年11月20日  
社団法人日本金属学会発行の「日本金属学会講演概要」  
に発表

(71) 出願人 000125369

学校法人東海大学

東京都渋谷区富ヶ谷2丁目28番4号

(72) 発明者 西 義武

神奈川県平塚市北金目1117 東海大学工学  
部内

(72) 発明者 矢部 洋正

神奈川県平塚市北金目1117 東海大学工学  
部内

(74) 代理人 100058479

弁理士 鈴江 武彦 (外5名)

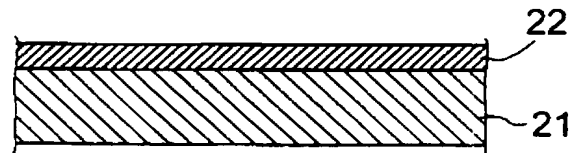
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 形状記憶合金アクチュエータ及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、磁歪感受率が高く、かつ薄膜製作の  
際の時間や経費を低減することを課題とする。

【解決手段】 基板21と、この基板21上に形成され、  
金属組織が(111)面及び(220)面に配向しかつ  
針状であるFe及びPdの合金からなる薄膜22とを具  
備し、FeとPdの原子%がFe: Pd=60~50:  
40~50であることを特徴とする形状記憶効果を利用  
した形状記憶合金アクチュエータ。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板と、この基板上に形成され、金属組織が (111) 面及び (220) 面に配向しかつ針状である Fe 及び Pd の合金からなる薄膜とを具備し、Fe と Pd の原子%が  $Fe : Pd = 60 \sim 50 : 40 \sim 50$  であることを特徴とする形状記憶効果を利用した形状記憶合金アクチュエータ。

【請求項 2】 Fe と Pd の原子%が  $Fe : Pd = 58 \sim 50 : 42 \sim 55$  であることを特徴とする請求項 1 記載の形状記憶合金アクチュエータ。

【請求項 3】 金属組織が (111) 面及び (220) 面に配向した針状でかつ原子%が  $Fe : Pd = 60 \sim 50 : 40 \sim 50$  である Fe 及び Pd の合金を、基板上にマグネトロンスパッタリングにより蒸着し、Fe 及び Pd の合金からなる薄膜を形成することを特徴とする形状記憶合金アクチュエータの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、形状記憶合金アクチュエータ及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 最近、磁場によって誘起される形状記憶合金の報告が盛んになってきている。

【0003】 この磁気誘起形状記憶合金に期待できる性能としては、第 1 にニチノールに代表される感熱型形状記憶合金よりも、速い応答速度が挙げられる。これは磁場の伝達速度が、熱よりもはるかに速いからである。第 2 には、超磁歪材料よりも大きな変形量が期待できる。これらの性能を生かした応用例としては、マイクロマシン用アクチュエータ、軽量、低コストアクチュエータ、高速応答性アクチュエータなどが挙げられる。

【0004】 このような磁気誘起形状記憶合金をインテリジェントアクチュエータとして航空機に用いた場合、軽量化、低コスト化が期待できる。また、高速度旋回も可能になると思われる。従来、上記形状記憶合金による薄膜の製作方法としては、スパッタリング法が知られているが、磁歪感受率が低く、多大な時間や経費がかかるという問題点があった。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明はこうした事情を考慮してなされたもので、基板と、この基板上に形成され、金属組織が (111) 面及び (220) 面に配向しかつ針状である Fe 及び Pd の合金からなる薄膜とを具備し、Fe と Pd の原子%が  $Fe : Pd = 60 \sim 40 : 40 \sim 60$  となる構成にすることにより、磁歪感受率が高い形状記憶合金アクチュエータを提供することを目的とする。

【0006】 また、本発明は、金属組織が (111) 面及び (220) 面に配向した針状でかつ原子%が  $Fe : Pd = 60 \sim 50 : 40 \sim 50$  である Fe 及び Pd の合

金を、基板上にマグネトロンスパッタリングにより蒸着し、Fe 及び Pd の合金からなる薄膜を形成することにより、磁歪感受率が高く、かつ薄膜作製の際の時間や経費を低減し得る形状記憶合金アクチュエータの製造方法を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本願第 1 の発明は、基板と、この基板上に形成され、金属組織が (111) 面及び (220) 面に配向しかつ針状である Fe 及び Pd の合金からなる薄膜とを具備し、Fe と Pd の原子%が  $Fe : Pd = 60 \sim 50 : 40 \sim 50$  であることを特徴とする形状記憶効果を利用した形状記憶合金アクチュエータである。

【0008】 本願第 2 の発明は、金属組織が (111) 面及び (220) 面に配向した針状でかつ原子%が  $Fe : Pd = 60 \sim 50 : 40 \sim 50$  である Fe 及び Pd の合金を、基板上にマグネトロンスパッタリングにより蒸着し、Fe 及び Pd の合金からなる薄膜を形成することを特徴とする形状記憶合金アクチュエータの製造方法である。

## 【0009】

【発明の実施の形態】 以下、本発明について更に詳細に説明する。

【0010】 本発明に使用するマグネトロンスパッタリング法は、磁場の影響が強く、規則不規則層が生じやすい。また、蒸着速度が速いので、針状晶組織が得られる。その結果、異方性が強く、磁歪が生じやすく、磁歪誘起マルテンサイト変態が起こりやすいので、磁歪感受率が高い薄膜を得ることが可能である。更に、トータル磁場で誘起される歪の量は液体急冷した試料よりも、マグネトロンスパッタリングした試料のほうが大きい。言い換えれば、マグネトロンスパッタリング法で作った試料最大磁歪量の方が、液体急冷した試料よりも大きくなる。マグネトロンスパッタリング法による規則層不規則層の形成しやすさ、及び針状晶試料の形成による異方性、さらにその二つにより感受率が良い薄膜が形成できる。

【0011】 このようなことから、本発明では、マグネトロンスパッタリング法で作製した所定配合割合の Fe-Pd 薄膜を用いた高感度磁歪誘起マルテンサイト変態型アクチュエータを提案する。

【0012】 本発明において、Fe 及び Pd の合金中の Fe と Pd の原子%が  $Fe : Pd = 60 \sim 50 : 40 \sim 50$  と規定したが、好ましくは原子%で  $Fe : Pd = 58 \sim 50 : 42 \sim 55$  である。これらの Fe と Pd の原子%の比は、図 1 の原子%と温度との関係を示す状態図に基づく（“Fe-Pd 合金の規則初期過程に及ぼす磁場効果”、大嶋隆一郎他、日本金属学会誌 第 62 巻第 4 号 (1998) 317-326）。図 1 において、 $\gamma$  相の領域で  $Fe : Pd = 60 \sim 50 : 40 \sim 50$  の範囲で

10

20

30

40

50

は、高感度のものが得られる。ここで、Pdの原子%が40未満では磁歪感受率が低く、50を超えると磁歪が小さくなる。

【0013】本発明において、薄膜は、金属組織が(111)面及び(220)面に配向しかつ針状であるFe及びPdの合金であることが必要である。磁気形状記憶効果は、米国MITのO'Handley博士の理論によれば、磁歪によってTwinn変態が引き起こされるときに発現することが示されている。さらに、我々は過去の研究において、急冷凝固によって粒状晶や柱状晶が形成できることを報告している。また、一般的に柱状晶の集合組織は、異方性がはっきりしているためTwinnが発生しやすいことが知られている。このような材料は磁気誘起の形状記憶効果が大きく、磁気により誘起される形状記憶効果の、第一にひずみ量が大きくなる可能性があり、第二に感度が非常に良くなる可能性がある。そこで、急冷凝固を行ない柱状晶の試料を作製し、磁場に対する特性を確認した。

【0014】また、温度を変化させたときの試料の形状変化を調べたところ、試料温度が高くなるにつれて、ひずみが大きくなることが確認された。逆に試料温度が低くなるにつれて、ひずみが小さくなることが確認された。例えば試験開始温度300Kでは、形状はほぼ元の形に戻る。この結果から、柱状晶Fe-Pd合金は形状記憶効果を示していることがわかる。

【0015】本発明においては、例えば図2に示すようなマグネトロンスパッタリング装置が使用される。図2において、符番1は反応容器を示す。この反応容器1内には、上部にターゲット2が配置され、下部に基板3を支持するホルダー4が配置され、両者間にシャッター5が配置されている。ここで、シャッター5は安定してから開けられる。前記反応容器1の下部、側部にはバルブ6a、6bを介して真空装置(TP)7a、真空装置(RP)7bが夫々接続されている。両真空装置7a、7b間もバルブ6cを介装した配管8により接続されている。前記反応容器1には、夫々H<sub>2</sub>ガスを収容したボンベ9、Arガスを収容したボンベ10が接続されている。

【0016】本発明において、アクチュエータに磁場をかけた時の歪みの測定の概要と印加される磁場の方向は、図4に示す通りである。図4において、付番11は基板であり、この基板11上にFe、Pdを適宜含む合金からなる薄膜12が形成されている。こうした構成のアクチュエータの歪みを測定する際には、例えばHe-Neレーザ13より反射板14を経て薄膜12の端部にレーザ光15を照射し、この照射によるアクチュエータの変形をメジャー16で測定することにより行う。なお、図中の矢印Aは、印加される磁場の方向を示す。

【0017】

【実施例】以下、本発明の一実施例について図面を参照

して説明する。

【0018】図3は、本発明に係る形状記憶合金アクチュエータの断面図を示す。図3において、符番21は基板を示す。このSi基板21上には、金属組織が(111)面及び(220)面に配向しかつ針状であるFe及びPdの合金からなる薄膜22が形成されている。ここで、Feの原子%は55%、Pdの原子%は45%(Fe-45at%Pd)である。

【0019】次に、こうした構成のアクチュエータの製造方法について説明する。まず、図2のマグネトロンスパッタリング装置を用いて、ホルダー4上にSi基板21をセットする。つづいて、真空装置7a、7bを用いて反応容器1内を真空にした後、シャッター5を開け、H<sub>2</sub>ガスとArガスを同時に反応容器1内に送り、直流プレーナマグネロン型のスパッタガンを用いて、Si基板21上に厚さ約2μmの薄膜22を成膜した。成膜条件は、到達真空度：3.9×10<sup>-5</sup>Pa、リークレイト(ガスの漏れ)：5.0×10<sup>-7</sup>Pa・m<sup>3</sup>/s、Ar分圧：6.0×10<sup>-2</sup>Pa、スパッタリングガス：Ar、ターゲット投入電力：200W、スパッタ時間：3600s、基板材料：Si(100)面、基板温度：300K(室温)とした。

【0020】上記実施例に係る形状記憶合金アクチュエータは、Si基板21と、この基板21上に形成され、金属組織が(111)面及び(220)面に配向しかつ針状であるFe及びPdの合金(Fe-45at%Pd)からなる薄膜22とから構成されている。従って、本発明によれば、以下に述べる効果を有する。

【0021】1) 従来と比べ、磁歪感受率を高くすることができる。例えば、Fe-45at%Pdの磁歪感受率は、(T<sub>b<sub>x</sub></sub>, Dy<sub>1-x</sub>)<sub>y</sub>Fe<sub>1-y</sub>薄膜と比べ、約3倍高い値を示している。

【0022】2) 一般に薄膜作製は、非常に手間や時間、経費がかかる試料作製方法である。しかるに、本発明によれば、マグネトロンスパッタリング法により薄膜22を形成するので、短時間で容易に成膜を行うことができる。従って、コストを低減できる。

【0023】3) 試料は耐食性が良いため、大気中での使用が可能である。これは、現行の(T<sub>b<sub>x</sub></sub>, Dy<sub>1-y</sub>)<sub>y</sub>Fe<sub>1-y</sub>薄膜と比較すると、実用化においては、大きな優位性を示している。

【0024】事実、温度を変化させたときの試料の形状変化を調べたところ、試料温度が高くなるにつれて、ひずみが大きくなることが確認された。逆に試料温度が低くなるにつれて、ひずみが小さくなることが確認された。例えば試験開始温度300Kでは、形状はほぼ元の形に戻る。この結果から、柱状晶Fe-Pd合金は形状記憶効果を示していることが判明した。

【0025】また、Fe及びPdの合金(Fe-47at%Pd)からなる薄膜を用いる以外は、上記実施例1

と同様にして作製したアクチュエータについて、温度 300 K における印加磁場  $H$  (kOe) と磁場によって誘起される歪み  $\lambda$  (ppm) の関係を調べたところ、図 12 に示す特性図が得られた。これにより、低磁場応答性のよい歪みを有することが見出した。

【0026】磁歪の測定はバイメタルの反りの測定に一般的に用いられる、光てこ法を用いる。磁場の印加には電磁石を用いて、0 kOe から 15 kOe までの磁場を印加する。しかしながら、Fe-45 at%Pd 薄膜は、印加磁場 3 kOe で歪が飽和するので、永久磁石を用いた磁場印加でも、十分に駆動する。図 5 は、作成した薄膜試料の X 線回折図を示す。図 5 より、(111) 面及び (220) 面に強く配向していることが分かる。特に、(220) 面のピークが高い Fe: Pd = 55: 45 の試料では、大きな磁歪量、磁歪感受率を示す。また、図 6 は、薄膜試料の印加磁場と磁化の関係を示した。図 6 が示すように、反磁界による影響を考慮しても、磁化の異方性がはっきり認められる。なお、図示しないが、電子顕微鏡によりその断面図を観察したところ、薄膜の組織が柱状晶であることが確認できた。従って、薄膜の試料は液体急冷した試料よりも、大きな異方性を持っていることが分かる。

【0027】図 7 は、薄膜試料の温度とひずみの関係を示す。3000 ppm を超える大きな変形を示すことがわかる。加熱による変形は冷却することによって、ほぼ元の形状に戻ることがわかる。また、図 7 が示すように、磁場を印加することで、さらなるひずみが得られることがわかる。図 8 に、作製した薄膜の印加磁場と磁歪量の関係を示す。図 8 より、Fe-Pd 合金薄膜は 3 kOe の低磁場においてひずみが飽和することを見出した。また、温度が低くなるにつれて、最大磁歪量が大きくなることを見いだした。Fe-Pd 薄膜の最大磁歪量は Tb<sub>0.3</sub>Dy<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub> 超磁歪薄膜の磁歪量の約半分であるが、低磁場での磁歪感受率は Fe-Pd 合金薄膜のほうが良いことがわかる。

【0028】図 9 は、印加磁場 400 kOe までの低磁場における Fe-Pd 液体急冷試料、薄膜試料、Tb<sub>0.3</sub>Dy<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub> 薄膜試料の磁歪量を示している。この結果より、Fe-Pd 薄膜の磁歪感受率は大変高いことがわかる。図 10 に、Fe-Pd 薄膜の試料温度と、最大ひずみ量の関係を示す。このように、温度が下がるほどに最大磁歪量が増加することがわかる。また、図 11 に、Fe-Pd 液体急冷試料、薄膜試料、Fe<sub>2</sub>Tb<sub>0.3</sub>Dy<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub> 薄膜試料の温度と磁歪感受率の関係を示す。Fe<sub>2</sub>Tb<sub>0.3</sub>Dy<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub> 薄膜試料では、成膜時の基板温度が低くなるほど、磁歪感受率が良くなることがわかる。また、Fe-Pd 液体急冷試料よりも、Fe-Pd 薄膜試料のほうが磁歪感受率が良く、Fe-Pd 薄膜の磁歪感受率は試験温度が

下がるほどに高くなることがわかる。なお、上記実施例では、Fe-45 at%Pd 薄膜を形成した場合について述べたが、これに限らず、Fe と Pd の原子%が Fe: Pd = 60~50: 40~50 である範囲の薄膜であれば、上記実施例と略同様な効果が得られる。

【0029】

【発明の効果】以上詳述したように本発明によれば、磁歪感受率が高く、かつ薄膜作製に時間や経費を低減し得る形状記憶合金アクチュエータ及びその製造方法を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】原子%パラジウムと温度との関係を示す状態図。

【図 2】本発明に係るマグネトロンスパッタリング装置の全体図。

【図 3】本発明の一実施例に係る形状記憶合金アクチュエータの断面図。

【図 4】図 1 のアクチュエータの温度を変化させたときの形状変化を示す特性図。

【図 5】図 3 のアクチュエータの X 線回折図

【図 6】薄膜試料の印加磁場と磁化の関係を示す特性図。

【図 7】薄膜試料の温度とひずみの関係を示す特性図。

【図 8】作製した薄膜の印加磁場と磁歪量の関係を示す

【図 9】印加磁場 400 kOe までの低磁場における Fe-Pd 液体急冷試料、薄膜試料、Tb<sub>0.3</sub>Dy<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub> 薄膜試料の磁歪量を示す特性図。

【図 10】Fe-Pd 薄膜の試料温度と、最大ひずみ量の関係を示す特性図。

【図 11】Fe-Pd 液体急冷試料、薄膜試料、Tb<sub>0.3</sub>Dy<sub>0.7</sub>Fe<sub>2</sub> 薄膜試料の温度と磁歪感受率の関係を示す特性図。

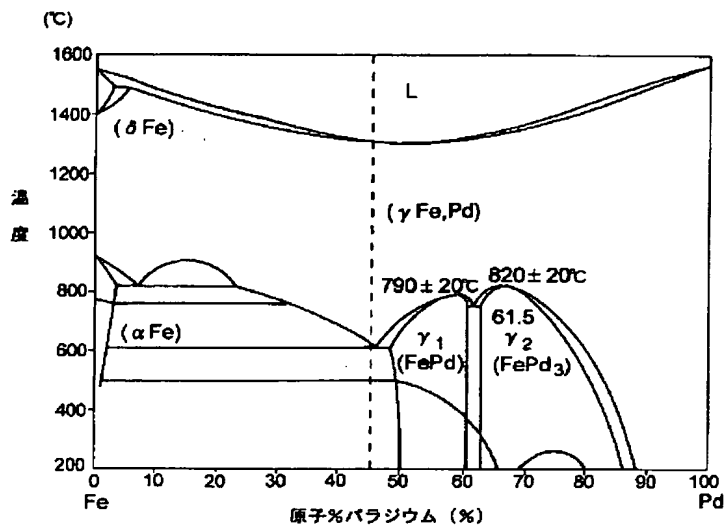
【図 12】300 K における印加磁場  $H$  と磁場により誘起された歪み  $\lambda$  との関係を示す特性図。

【図 13】各試料の 300 K における印加磁場  $H$  と磁場により誘起された歪み  $\lambda$  との関係を示す特性図。

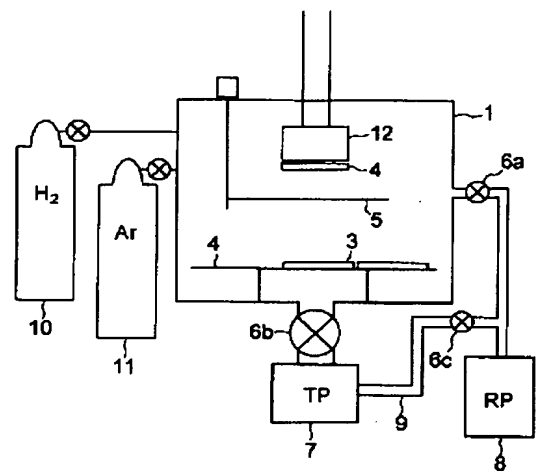
【符号の説明】

- 1…反応容器、
- 2…ターゲット、
- 3…基板、
- 4…ホルダー、
- 5…シャッター、
- 6a, 6b…バルブ、
- 7a, 7b…真空装置、
- 8…配管、
- 9, 10…ボンベ、
- 21…Si 基板、
- 22…薄膜。

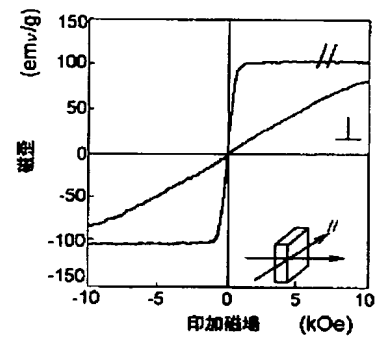
【図1】



【図2】



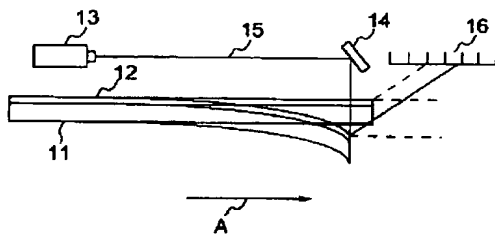
【図6】



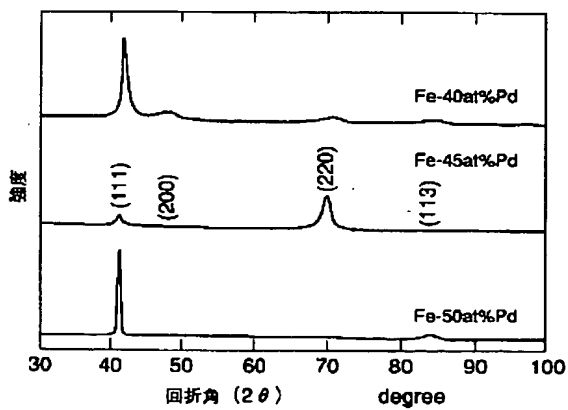
【図3】



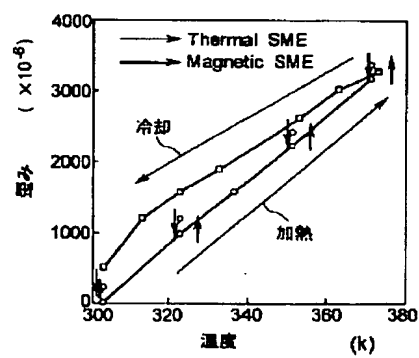
【図4】



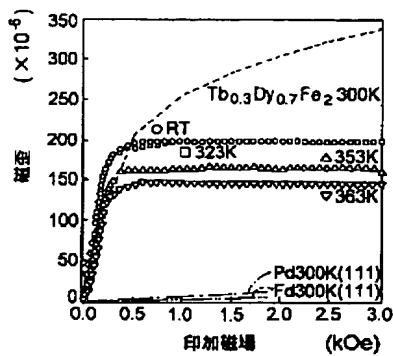
【図5】



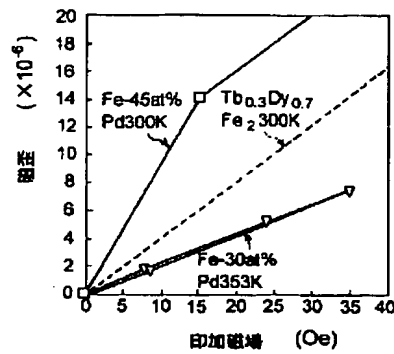
【図7】



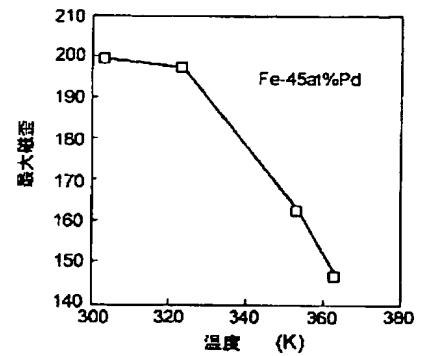
【図8】



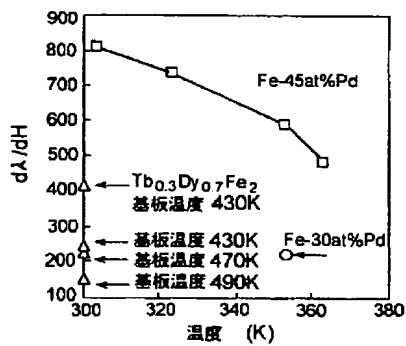
【図9】



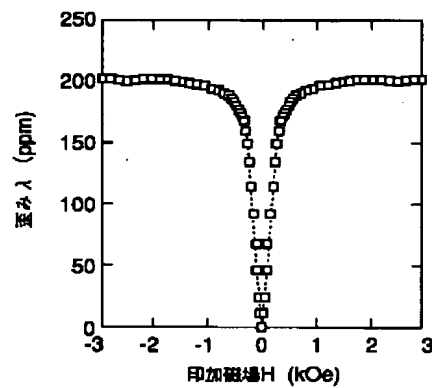
【図10】



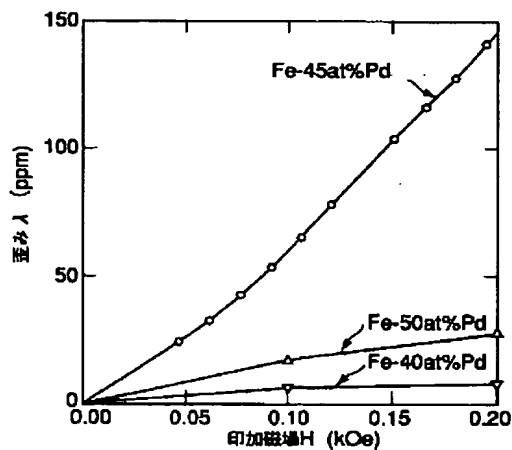
【図11】



【図12】



【図13】



フロントページの続き

(72)発明者 小栗 和也  
神奈川県平塚市北金目1117 東海大学理学  
部内

(72)発明者 内田 晴久  
神奈川県平塚市北金目1117 東海大学教養  
学部内

(72) 発明者 松村 義人  
神奈川県平塚市北金目1117 東海大学工学  
部内

(72) 発明者 内田 裕久  
神奈川県平塚市北金目1117 東海大学工学  
部内